

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

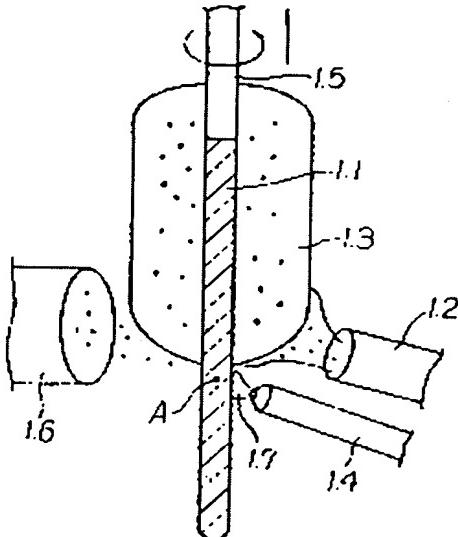
(11)Publication number : **01-203238**
 (43)Date of publication of application : **16.08.1989**

(51)Int.Cl.

C03B 37/018
G02B 6/00(21)Application number : **63-025766**
 (22)Date of filing : **08.02.1988**(71)Applicant : **SUMITOMO ELECTRIC IND LTD**
 (72)Inventor : **KANAMORI HIROO**
DANZUKA TOSHIO
YOKOTA HIROSHI
TANAKA GOTARO
ITO MASUMI**(54) PRODUCTION OF OPTICAL FIBER PREFORM****(57)Abstract:**

PURPOSE: To control the formation of an OH group on the surface of a starting preform and the diffusion of the OH group into the preform by depositing fine glass particles while cooling the part of the preform not deposited with fine glass particles.

CONSTITUTION: A porous glass layer 1.3 corresponding to a clad part is formed on the periphery of the starting preform 1.1 by using a burner 1.2 for synthesizing fine glass particles. The starting preform 1.1 is connected to a dummy quartz rod 1.5, rotated, and moved to form a porous glass layer. At this time, a cooling gas of helium, etc., is blown against the surface of the starting preform 1.1 from a nozzle 1.4 to cool the surface of the region A of the starting preform immediately before the formation of the porous glass layer to about 500°C. The obtained preform is heated at about 1,600°C in the He atmosphere contg. Cl₂, and vitrified to obtain the desired optical fiber preform.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
⑪ 公開特許公報 (A) 平1-203238

⑫ Int. Cl. 4 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 平成1年(1989)8月16日
C 03 B 37/018 356 C-8821-4G
G 02 B 6/00 A-7036-2H
審査請求 未請求 請求項の数 3 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑮ 特願 昭63-25766
⑯ 出願 昭63(1988)2月8日

⑰ 発明者 金森 弘雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内
⑱ 発明者 譚塙 俊雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内
⑲ 発明者 横田 弘 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内
⑳ 発明者 田中 豪太郎 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内
㉑ 出願人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地
㉒ 代理人 弁理士 内田 明 外3名

最終頁に続く

明細書

1. 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ガラス微粒子合成用バーナーにガラス原料ガス、燃焼用ガス、助燃ガスを供給して火炎加水分解反応させることによりガラス微粒子を発生させ、該ガラス微粒子を回転する出発母材外周部上に堆積させるとともに、該出発母材を該ガラス微粒子合成用バーナーに対し相対的にその軸方向に移動させることにより該出発母材を取り囲む多孔質ガラス層を形成し、しかるのちに該出発母材と該多孔質ガラス層の複合体を加熱することにより該多孔質ガラス層を透明ガラス化して該出発母材とこれを取り囲む透明ガラス層の複合体からなる光ファイバ用母材を製造する方法において、ガラス微粒子が堆積していない出発母材部を冷却しながらガラス微粒子を堆積させることを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

(2) ガラス微粒子が堆積していない出発母材部に冷却用ガスを吹きつけることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載の光ファイバ用母材の製造方法。

(3) 冷却用ガスに脱水作用のあるガスを混合することを特徴とする特許請求の範囲第2項に記載の光ファイバ用母材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は光ファイバ用母材の新規な製造方法に関するものである。

[従来の技術]

光ファイバ用母材の製造方法としてVAD(気相軸付け)法が知られている。VAD法の概略を第2図を用いて説明する。VAD法ではガラス微粒子合成用バーナー21にガラス原料ガス、燃焼用ガス、助燃ガス等を供給して火炎加水分解反応により火炎22の中でガラス微粒子23を発生させ、回転する出発材24の先端付近にガラス微粒子を堆積させ多孔質ガラス母

材2.5を形成する。多孔質ガラス母材2.5の成長に合わせて出発材2.4を軸方向にガラス微粒子合成用バーナ2.1と相対的に移動させていくことにより、多孔質ガラス母材2.5を軸方向に成長させていく。2.6は発生した廃ガスの排出用の管である。

石英(SiO_2)系光ファイバを作成する際には、ガラス原料として $SiCl_4$ 、 $SiHCl_3$ 、燃焼用ガスとして H_2 、 CH_4 、助燃ガスとして O_2 、ガラス原料ガスのキャリヤバーナー保護のため不活性ガスがガラス微粒子合成用バーナに供給される場合が多い。また所望の屈折率分布を形成するために、 SiO_2 の屈折率を高める GeO_2 の原料として GeO_4 をガラス原料ガスに混入させることも一般的な手法である。このようにして得られた多孔質ガラス母材は加熱脱水処理、加熱透明化処理を経て透明な光ファイバ用母材となる。

第2図に示したような一本のガラス微粒子合成用バーナで所望の屈折率分布を得ることが

できないときには、第3図のように複数のガラス微粒子合成用バーナー3.1、3.2を用いることがある。例えばバーナー3.1に $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ を供給し、バーナー3.2に SiO_2 のみを供給することにより、バーナー3.1により形成された多孔質ガラス母材の部位3.3にのみ GeO_2 を添加する(バーナー3.2により形成された多孔質ガラス母材の部位3.4には GeO_2 が添加されない)。加熱透明化後バーナー3.1により形成された GeO_2 を含む部分のみ屈折率が高くなり、光を伝送するためのコア・クラッド構造ができる。

しかしながら複数のバーナーを用いる場合には、2本のバーナーの相対位置のガス流量、各々のバーナーにより形成された多孔質ガラス母材の成長速度を同一にするための出発材移動速度等厳密に制御する必要のある製造条件が多くなり、多孔質ガラス体の製造を複雑にする。

一方、1本のバーナーでコア・クラッドの2重構造を作成することは難しいので GeO_2 を含

むコア部のみを形成して加熱透明化処理後、これにより得られた該コア用母材をクラッドに相当する市販の石英パイプ中に挿入し、一体化する方法がある。

或いは GeO_2 を含む該コア用母材を所定径に延伸したのち、第4図に示すように再度該コア用母材を出発母材4.1として、ガラス微粒子合成用バーナ4.2によりガラス微粒子を該出発母材4.1の外周部に堆積させクラッドに相当する多孔質ガラス層4.3を形成するとともに該多孔質ガラス層4.3の成長に合わせて出発母材4.1をバーナ4.2と相対的に移動させることにより出発母材4.1を取り出む多孔質ガラス体を形成し、しかるのちに加熱脱水及び加熱透明化処理する方法がある。

後者の方法では、コア用出発母材として GeO_2 を添加し屈折率を高めた SiO_2 ガラスを用いればクラッドに相当する部分は単に SiO_2 ガラスを形成すればよいし、またコア材として純粹 SiO_2 ガラスを用いれば、クラッドに相当する

部分には、多孔質ガラス層を α を含む界隈気で加熱することにより α を添加しその屈折率を下げる事により、やはりコア・クラッド構造が形成できる。

[発明が解決しようとする課題]

ところで、光ファイバの中でも中、長距離用通信に用いられるものは低損失が要求されるが、コア用母材を市販石英パイプに挿入一体化する方法では、石英パイプ中の不純物の影響で損失が高くなり易い。一方、クラッド部に相当する多孔質ガラス層をコア用出発母材の周囲に形成する方法では、クラッド用多孔質ガラス層形成時にガラス微粒子合成用バーナにより発生する H_2O 成分がコア用、出発母材中に拡散浸透し、光を吸収して損失を高くるOH基をコア・クラッド界面近傍に多く(数百ppm)含む光ファイバとなってしまう、という問題点がある。特に单一モード光ファイバでは、伝搬する光がコアのみならずクラッド部にまで拡がつているので、コア・クラッド界面近傍のOH基の悪影響

が強い。单一モードファイバではコア径に対し約4～8倍のクラッド部までは十分にO.D.基が低減されて約数十ppm以下となつてゐる必要がある。

本発明は出発母材表面でのO.D.基形成及びその内部へのO.D.基の拡散を抑止して多孔質ガラス層の形成を行うことができ、これにより低損失な光ファイバ用母材を製造できる新規な方法を提供することを目的とするものである。

[課題を解決するための手段・作用]

本発明は上記の課題を解決する手段として、ガラス微粒子合成用バーナーにガラス原料ガス、燃焼用ガス、助燃ガスを供給して火炎加水分解反応させることによりガラス微粒子を発生させ、該ガラス微粒子を回転する出発母材外周部上に堆積させるとともに、該出発母材を該ガラス微粒子合成用バーナーに対し相対的にその軸方向に移動させることにより該出発母材を取り囲む多孔質ガラス層を形成し、しかるのちに該出発母材と該多孔質ガラス層の複合体を加熱すること

により該多孔質ガラス層を透明ガラス化して該出発母材とこれを取り囲む透明ガラス層の複合体からなる光ファイバ用母材を製造する方法において、ガラス微粒子が堆積していない出発母材部を冷却しながらガラス微粒子を堆積させることを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法を提供する。

本発明の特に好ましい実施態様としては、ガラス微粒子が堆積していない出発母材部に冷却用ガスを吹きつける上記方法および冷却用ガスに脱水作用のあるガスを混合する上記方法が挙げられる。

まず本発明のように行なう根拠から説明すると、次のとおりである。第4図に示した従来法では、クラッドに相当する多孔質ガラス層4.3を、コア用出発母材4.1の外周に形成する際に、多孔質ガラス層4.3が形成される直前の出発母材4.1の表面は、ガラス微粒子合成用バーナー4.2の熱により、約700°C程度以上に加熱される。このような高温は、バーナー4.2の火炎

から発生するH₂O成分や燃焼用ガスとして用いているH原子を含む成分の出発母材表面からの内部への浸透を加速させる。

一方、出発母材4.1の表面温度を下げるために、バーナー4.2に供給する燃焼ガス流量を低減したり、バーナー4.2を出発母材4.1から遠く離すなどの手段をとると、多孔質ガラス層4.3のガラス微粒子堆積面の温度が下つてしまふ。多孔質ガラス層4.3はガラス微粒子の集合体であるので、ガラス微粒子堆積面が500～600°C以上の高温に十分に加熱されていないと、ガラス微粒子間のネック成長が進行せず、非常に脆弱なものになつてしまふ。

本発明者らは以上の考察に鑑み、多孔質ガラス層4.3のガラス微粒子堆積面を十分に高温にした状態で、かつ出発母材4.1表面を低温に保つことで問題点が解決し得ると考え、種々検討の結果、出発母材を強制的に冷却することが効果的であることを見出した。

以下、図面を参照して本発明を具体的に説明

する。第1図は本発明の一実施例の説明図である。

出発母材1.1表面の冷却には種々の方法が考えられるが、特に出発母材1.1の表面で多孔質ガラス層1.3に覆われる直前の部分△が最もバーナー1.2の形成する炎に近く高温になるので、この部分△を局所的に冷却することがより効果的であり、そのためには、冷却用ガス1.7をその部分にノズル1.4等を用いて吹きつけることが好ましい。同図中、1.5はダミー石英管、1.6は排気管である。

該冷却用ガスとしてはガラス微粒子合成反応を乱すものや、また何らかの反応を起し逆に反応熱を発生するようなものは利用できないので、不活性ガスが好ましい。また、不活性ガスの中でも熱伝導度の良いものほど冷却性が良く代表的なものとしてヘリウムが挙げられる。

さらに、本発明の冷却ガスに脱水作用のあるガスを混合して吹きつけると、出発母材表面の吸着水分を除去できるのでより有効である。脱

水作用のあるガスとしてはハロゲン又はハロゲン化合物ガス例えばCl₂, Br₂, 等が挙げられる。

以上の説明では出発用母材としてコア用母材を用いた例を挙げたが、本発明はこれに限定されるものではなく、同様の構成で出発用母材表面でのO₂基生成又は拡散を防止する目的に適用できるものである。

本発明における具体的な条件等は以下の実施例に示されるが、本発明はこれらにより限定されるものではない。

[実施例]

実施例1

出発母材として、VAD法で作製した約5.7重量%のO₂を添加した石英ガラスからなるコア用母材を、O₂基が浸透しないように電気炉にて加熱して10mmに延伸したものを準備した。該出発母材の屈折率分布を第5図に示す。

第1図に示すような構成で、本発明により、この出発母材1.1の外周部に、ガラス微粒子合

成用バーナー1.2を用いてクラッド部に相当する多孔質ガラス層1.3を形成した。ガラス微粒子合成用バーナー1.2には、H₂ 4.5L/min, O₂ 4.0L/min, SiO₂ 3.000cc/min、Arガス1.5L/minを供給し、毎分5.2g/minの堆積速度でガラス微粒子(SiO₂)を堆積させていつた(堆積収率65%)。出発母材1.1はダミー石英棒1.5に接続され、30 rpmで回転させつつ7.5mm/sの速度で移動させることにより、外径13.0mmの多孔質ガラス層を形成した。この時冷却用ガスとしてH₂ 1.0L/minを3mmの口径を有するノズル1.4から出発母材1.1の表面に吹きつけることにより、出発母材の多孔質ガラス層形成直前の部位△の表面温度を約500°Cにまで冷却した。しかるのち、得られた母材をO₂ 6容量%を含有するH₂雰囲気中で1050°Cに加熱し1時間保持したのち、H₂のみの雰囲気中で1600°Cに加熱し透明ガラス化した。得られた透明ガラス体の屈折率分布を第6図の(a)部分に示す。なお同図において

て&1はコア部、&2はクラッドである。この時のコア径/クラッド径の比は1:5であつた。該透明ガラス体を2.0mmの厚さにスライスし、赤外分光々度計により断面内のO₂濃度分布を測定したところ第6図の(b)部分に示すようにコア・クラッド界面近傍のO₂基濃度は約3.0 ppmと低いものであつた。

比較例1

実施例1において出発母材の冷却を行わずに他の全く同様の方法で透明ガラス母材を作製したところ、コア・クラッド界面には約6.00 ppmという高濃度のO₂基が残留しており、実施例1の結果と比べると本発明の効果が明らかに認められる。尚この時、クラッド用多孔質ガラス体形成時の出発母材表面の温度は、850°Cにまで加熱されていた。

実施例2

実施例1において、冷却用ガスとしてH₂ 1.0L/minにO₂ 1.00cc/minを混合して供給し、その他は同様にして透明ガラス母材を作製

したところ、コア・クラッド界面のO₂基濃度は検出限界に近い~1 ppmにまで低減されていた。この母材を1.7mmに延伸したものを出発母材として、再度多孔質ガラス層を形成することにより、クラッド径をコア径の1.4倍にまで増加させた。この2度目の多孔質ガラス層の合成条件及びその加熱脱水、加熱透明化条件は実施例1に記した第1の多孔質ガラス層の合成条件及びその加熱脱水、加熱透明化条件と同様である。このようにして得られた光ファイバ用母材を外径12.5μmにまで縮引したところ波長1380nmでのO₂基による吸収損失は6dB/kmにまで低減されていた。

[発明の効果]

以上説明したように、本発明は出発母材外周部に多孔質ガラス層を合成し、しかるのちに該多孔質ガラス層を加熱脱水及び加熱透明化処理する光ファイバ用母材の製造方法において、光ファイバの伝送損失特性上問題となる。多孔質ガラス層合成時の出発母材表面でのO₂基の形

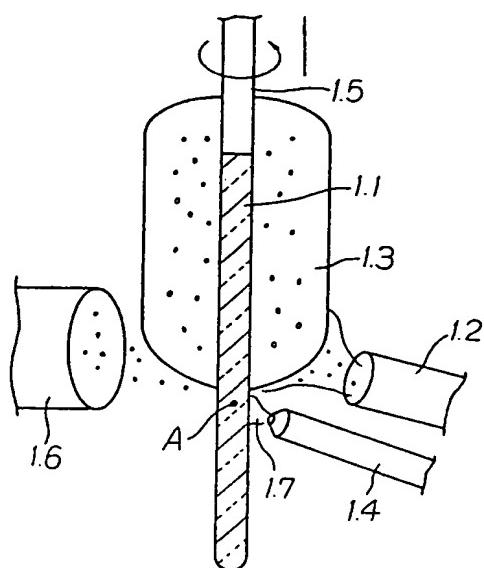
成及びその内部への拡散を抑止する効果があり、低損失な光ファイバを得るための光ファイバ用母材の製造方法として有効である。

4. 図面の簡単な説明

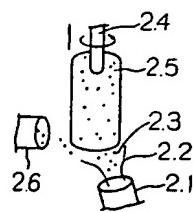
第1図は本発明の多孔質ガラス層合形成法の実施例の説明図であり、第2図および第3図は公知のVAD法による多孔質ガラス母材作成方法の説明図、第4図は従来の多孔質ガラス層合形成方法の説明図である。第5図は本発明の実施例1および比較例1で用いた出発母材の屈折率分布を示す図、第6図は本発明の実施例1で作成したコア・クラッドを有する光ファイバ用母材の屈折率分布を(a)部分に示し、これに対応する母材半径方向のOH基濃度分布を(b)部分に示す図である。

代理人 内田 明
代理人 桥原 亮一
代理人 安西 審夫
代理人 平石 利子

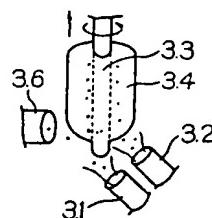
第1図



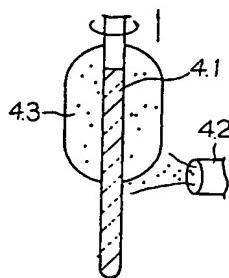
第2図



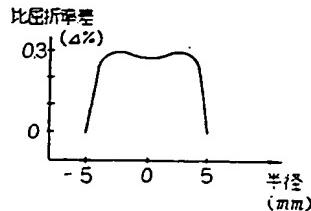
第3図



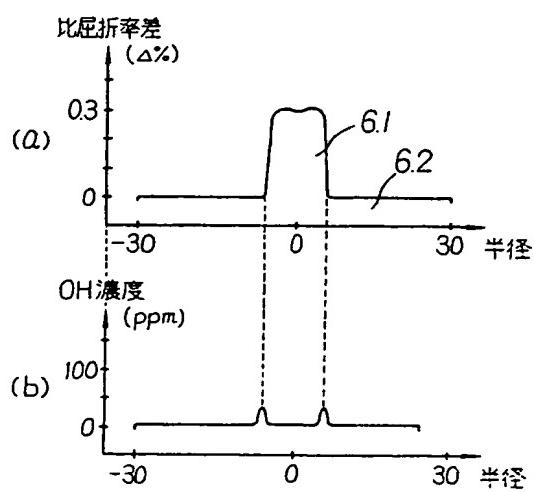
第4図



第5図



第6図



第1頁の続き

②発明者 伊藤 真澄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社
横浜製作所内